

PATENTANWÄLTE
GULDE HENGELHAUPT ZIEBIG

European Patent and Trademark Attorneys
Patente Marken Design Lizenzen

GULDE HENGELHAUPT ZIEBIG Schützenstraße 15-17, 10117 Berlin

Anmelder:

LayTec Gesellschaft für in-situ
und Nano-Sensorik
Hardenbergstr. 36

10623 Berlin

Klaus W. Gulde, Dipl.-Chem.
Jürgen D. Hengelhaupt, Dipl.-Ing.*
Dr. Marlene K. Ziebig, Dipl.-Chem.**
Wilfried H. Goesch, Dipl.-Ing.*

Schützenstraße 15-17
D-10117 Berlin

Tel.: 030/264 13 30

Fax: 030/264 18 38

e-mail: PatentAttorneys.GHZ@t-online.de

Internet: <http://www.berlin-patent.net>

Unser Zeich./our reference
P104200DE-Goe
Datum/date
Berlin, 30.11.2000

Verfahren zur Messung von Kennwerten, insbesondere der Tem-
peratur eines mehrschichtigen Materials während des Schich-
tenaufbaus

20

25

5

10

Verfahren zur Messung von Kennwerten, insbesondere der Temperatur eines mehrschichtigen Materials während des Schichtenaufbaus

15

Beschreibung

20
25
30
35
40

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Messung von Kennwerten, insbesondere der Temperatur eines mehrschichtigen Materials während des Schichtenaufbaus, insbesondere eines Halbleiterschichtsystems während der Epitaxie, bei konstanten Prozeßbedingungen. Das Verfahren kann in-situ bei der metallorganischen Gasphasenepitaxie (MOVPE), Molekularstrahlepitaxie (MBE) oder ähnlicher Verfahren angewandt werden und ermöglicht die Bestimmung der Probertemperatur unter Standardwachstumsbedingungen.

30

35

Die genaue Kenntnis der Temperatur ist für das Wachstum von Halbleiterschichtsystemen und Halbleiterbauelementen extrem wichtig, da praktisch alle wesentlichen Wachstumsparameter wie z.B. Wachstumsrate, Zusammensetzung, Dotierungseinbau temperaturabhängig sind. Natürlich können diese Kennwerte nach Ende des Wachstumsprozesses bestimmt werden. Zur Einflußnahme auf den Wachstumsprozeß und zur Übertragbarkeit der Prozeßbedingungen auf andere Anlagen ist jedoch die aktuelle Kenntnis der Temperatur unerlässlich.

40

Die Probertemperatur hängt wesentlich von äußeren Parametern (Belegung der Reaktorwände, Art des Trägergases, Form und

Größe des Probenträgers, dessen Rotationsgeschwindigkeit etc.) ab. Daher muß in der Praxis häufig eine Temperaturkalibrierung der Temperaturmeßeinrichtung durchgeführt werden (die alte Kalibrierung verliert bei Veränderung eines Parameters ihre Gültigkeit). Ein herkömmliches Verfahren zur Temperaturkalibrierung verwendet spezielle Kalibrierproben, z. B. Eutektika oder Schmelzproben. Diese Kalibrierung kann dann nur bei einer festen, durch den Schmelzpunkt oder Umschlagpunkt des Materials vorgegebenen Temperatur erfolgen. Ein Temperaturvergleich zwischen verschiedenen Reaktoren, z. B. zum Übertragen von Prozessen von einer Anlage auf die nächste, ist daher nur bei dieser einen Temperatur möglich. In der Regel liegt die eigentliche Wachstumstemperatur nicht bei dieser Umschlagtemperatur und das Verfahren ist daher zum Abgleich der eigentlichen Wachstumstemperatur nur bedingt geeignet und daher problematisch. Die Kalibrierung ist außerdem sehr zeitaufwendig.

Zur Temperaturmessung in einer MBE- oder MOVPE-Anlage sind im wesentlichen zwei Verfahren bekannt:

1. Messung mit Thermoelementen:

Im Probenträger (Suszeptor, i.d.R. aus Graphit gefertigt) auf dem die Probe liegt, befindet sich ein Thermoelement. Die vom Thermoelement gemessene Temperatur entspricht nur dann der wahren Probentemperatur, wenn die Probe mit dem Suszeptor im thermischen Gleichgewicht steht. Dies ist im Realfall nicht unbedingt der Fall. Moderne, kommerzielle Epitaxiesysteme verfügen i.d.R. über rotierende Proben. Bei der MOVPE ist der Suszeptor dabei oft mehrteilig. Im Hauptsuszeptor befindet sich ein zusätzlicher Teller der durch einen Gasstrom gedreht und getragen wird. Durch diese Konstruktion ist der thermische Kontakt zwischen geheiztem Suszeptor (mit Thermoelement) und Probe stark herabgesetzt. Zu-

sätzliche Effekte wie z.B. Kühlung durch den Gasstrom, veränderte Abstrahlung oder Ausbildung eines Strahlungsgleichgewichtes im Reaktor durch Belegung der Innenwände können zu weiteren Abweichungen führen. Genaue Form, Größe und Belegung des Suszeptors und des Reaktors haben einen Einfluß auf die Größe der Abweichung der Proben-temperatur von der Thermoelementtemperatur.

Mit Thermoelementen kann in jedem Fall nur die Temperatur des Suszeptors gemessen werden. Die wahre Temperatur der Probe kann davon abweichen, z.B. aufgrund veränderter Abstrahlung oder Ausbildung eines Strahlungsgleichgewichtes im Reaktor oder eines schlechten thermischen Kontaktes.

2. Messung mit Pyrometern:

Große Multi-Wafer-Anlagen arbeiten mitunter mit planetarischer Rotation, das heißt, mehrere Probenträger drehen sich auf einem Teller um eine Achse und außerdem um sich selbst. Da sich hier Thermoelemente nicht einsetzen lassen, wird die Temperatur mittels Pyrometrie gemessen. Dabei wird die thermische Emission von infrarotem Licht der Probe detektiert. Das Verfahren setzt eine genaue Kenntnis der Emissivität des gemessenen Materials voraus, um aus der Messung die Temperatur fehlerfrei bestimmen zu können. Außerdem ist Pyrometrie nur in einem eingeschränkten Temperaturbereich verwendbar (ab ca. 300°C).

Um die Thermoelement- bzw. Pyrometertemperatur auf die wahre Proben-temperatur zu kalibrieren, werden, wie oben bereits beschrieben, Schmelzpunktbestimmungen oder Eutektikumskalibrierungen benutzt. Dabei werden spezielle Substanzen mit genau bekannten Schmelz- oder Umschlagpunkten im Epitaxiesystem erhitzt und die Temperaturdifferenz bestimmt. Dies kann nur in einem separaten Wachstums-Lauf erfolgen, da spe-

5 zielle, für das Wachstum nicht taugliche Proben benutzt werden müssen. Außerdem entsprechen nicht alle Bedingungen im Reaktor den realen Wachstumsbedingungen.

10 Es ist aus der US-A 5.403.433 außerdem bekannt, Reflexionsdaten zur Temperaturbestimmung heranzuziehen. Dabei wird die Lage der kritischen Punkte eines Halbleiters vermessen, indem die temperaturabhängige Verschiebung der fundamentalen Bandkante bestimmt wird. Letztere kann durch Messung des Streulichtes von der Probenrückseite bestimmt werden, da das
15 Streulicht nur dann meßbar ist, wenn die Probe für die verwendete Lichtwellenlänge durchsichtig wird. Nachteil ist, daß eine Transmissionsmessung aufwendig und in-situ kaum machbar ist. Außerdem ist die sehr genaue Kenntnis der optischen Eigenschaften des verwendeten Materials (Temperaturabhängigkeit der dielektrischen Funktion bzw. des Brechungsindex und der Absorptionskonstante) nötig.
20

25 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art anzugeben, das die in-situ-Messung der Temperatur einer Probe bei wesentlich verringertem Aufwand erlaubt.

30 Erfindungsgemäß wird die Aufgabe gelöst durch die Merkmale im kennzeichnenden Teil des Anspruchs 1 im Zusammenwirken mit den Merkmalen im Oberbegriff. Zweckmäßige Ausgestaltungen der Erfindung sind Gegenstand der Unteransprüche.

35 Danach wird das Material mit einer konstanten Beleuchtungsenergie beleuchtet, seine Reflektivität über der Zeit gemessen und daraus die Lage eines Extremwertes der Fabry-Perot-Oszillationen der jeweiligen Schicht bestimmt, aus der die Schicht-Wachstumsrate und anhand vorermittelter Vergleichswerte die Prozeßtemperatur und/oder die Schichtzusammensetzung

5 zung ermittelt wird. In der folgenden Beschreibung wird aus
Gründen der einfacheren Darstellung davon ausgegangen, daß
als Extremwert das erste Minimum verwendet wird, das sich
meßtechnisch am schnellsten und leichtesten auswerten läßt.
Genauso gut könnte jedoch ein anderer Extremwert verwertet
10 werden.

Es wurde gefunden, daß sich durch Messung der Reflektivität
einer Probe nach Bestimmung des ersten Minimums der Fabry-
Perot-Oszillation direkt auf die Temperatur der Probe und
15 auf weitere Kennwerte schließen läßt, wenn die Photonenener-
gie während des Vorgangs, bei dem die Messung erfolgen soll,
konstant gehalten wird.

Die meisten Epitaxieanlagen können mit einem optisch trans-
parenten Fenster ausgestattet werden, so daß optische Mes-
sungen unter senkrechtem Einfall erfolgen können. Mittels
optischer Verfahren kann die Reflektivität der Probe gemes-
sen werden. Genauer gesagt, eine Meßgröße DC (Spannung eines
Detektors) ist der Reflektivität einer Probe sowie Einfluß-
25 faktoren der Meßanordnung proportional:

$$DC = \text{Reflektivität} * \text{Apparatefunktion.}$$

Die Apparatefunktion kann durch geeignetes Normieren des
Meßsignals eliminiert werden, so daß die Reflektivität als
30 solche bestimmt werden kann. Da auch der Bezugsmeßwert nicht
als absolute Größe bekannt sein muß, reicht die Messung der
auf ein Ausgangsmaterial bezogenen Reflektivität.

Das vorgestellte Verfahren basiert somit auf der Messung ei-
35 ner Detektorspannung DC bei einer festen Photonenenergie im
IR-, visuellen oder UV-Spektralbereich und der Bestimmung
eines ersten Minimums der Detektorspannung (Transientenmes-

5 sung) während des Wachstums eines definierten Schichtenstapels.

Um während des Wachstums des Schichtenstapels die Material-
 qualität zu überwachen, können vor und nach dem Wachstum
 10 RAS-Spektren (Reflexions-Anisotropie-Spektroskopie) gemessen
 werden. Zusätzlich kann ein RAS-Signal auch während des
 Wachstums parallel zur DC-Transiente gemessen werden. Auf-
 grund der hohen Oberflächensensitivität der RAS kann so eine
 Degradation der Schicht frühzeitig angezeigt werden.

15

Wird bei dem zum Stand der Technik oben beschriebenen Ver-
 fahren die Temperaturabhängigkeit der dielektrischen Funkti-
 on ausgenutzt, indem bei bekannter Temperaturabhängigkeit
 des Brechungsindex aus dem gemessenen Brechungsindex eine
 Temperatur abgeleitet wird, ist immer eine Datenbankauswer-
 20 tung notwendig, bei der der Wert des Brechungsindex für das
 benutzte Material mit der Temperatur verknüpft wird. Damit
 geht eine etwaige Ungenauigkeit in der Datenbank voll in die
 Temperaturmessung ein. Um den Brechungsindex überhaupt aus
 der gemessenen Kurve bestimmen zu können, ist in jedem Fall
 eine Simulation (Rechnung) der Messung mit Fit notwendig.

30

Nach dem vorliegenden Verfahren werden dagegen zum Vergleich
 von Temperaturen und zur Kalibrierung direkt gemessene Roh-
 daten, nämlich der Reflektivitätswert des ersten Minimums
 der Fabry-Perot-Oszillationen genutzt. Damit geht beim Rela-
 tivvergleich von Temperaturen, z. B. zwischen verschiedenen
 Anlagen, keine Datenbank ein und es ist keine Rechnung oder
 Simulation notwendig. Natürlich kann durch einen zusätzli-
 35 chen Datenbank-Fit die Meßgenauigkeit weiter erhöht werden.
 Erst wenn dem gemessenen Reflektivitätswert des Minimums ei-
 ne absolute Temperatur zugeordnet werden soll, ist eine
 Kalibrierkurve zum Ablesen des Temperaturwertes nötig. Aber

5 auch hierfür wird keine Datenbank für den Brechungsindex benötigt.

Die Erfindung soll nachstehend anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert werden. In den zugehörigen Zeichnungen zeigen
10

Fig. 1 eine an sich bekannte Anordnung zur kombinierten Reflexions- und RAS-Messung einer Probe,

15 Fig. 2 die Temperaturabhängigkeit des Realteils der dielektrischen Funktion für GaAs und AlAs,

Fig. 3 den Zusammenhang zwischen den Fabry-Perot-Oszillationen und der Temperatur,

20 Fig. 4 eine aus Datenbankspektren errechnete Kalibrierkurve für die Reflektivität in Abhängigkeit von der Temperatur,

25 Fig. 5 eine gemessene Kalibrierkurve für die Reflektivität in Abhängigkeit von der Temperatur,

Fig. 6 die Anwendung des Verfahrens für eine Kalibrierung von MOVPE-Reaktoren,

30

Fig. 7 den Zusammenhang zwischen den Fabry-Perot-Oszillationen und der Wachstumsrate bei der Epitaxie anhand einer Modellrechnung,

35 Fig. 8 den gemessenen und mit Datenbankwerten gefitteten Verlauf der Reflektivität bei einer bestimmten Temperatur,

Fig. 9 die Reflektivitäts-Transiente beim Wachsen eines ternären Materials,

Fig. 10 eine sich daraus ergebende Kalibrierkurve für den Al-Gehalts des ternären Materials und

Fig. 11 die Reflektivitäts-Transiente bei der Epitaxie eines 5-Schichten-Stapels.

Fig. 1 zeigt eine Anordnung zur kombinierten Reflexions- und RAS-Messung einer Probe in einer MOVPE-Anlage. Das Licht einer Xenonlampe 1 wird über ein Polarisationsprisma 2 und einen Strahlteiler 3 auf einen rotierenden Probenhalter 4 mit einer Probe 5 fokussiert. Ein erster Spiegel 6 dient zur Fokussierung des Lichts auf die Probe 5. Von der Probe 5 wird das Licht auf einen sphärischen Spiegel 7 reflektiert. Der sphärische Spiegel 7 hat eine kompensierende Funktion bezüglich der Taumelbewegung, die der rotierende Probenträger 4 ausführt. Das Licht läuft dann in sich zurück zum Strahlteiler 3. Mittels eines Photoelastischen Modulators 8 kann das Licht moduliert und über ein weiteres Polarisationsprisma 9 abgefragt werden. Über weitere Spiegel 10, 11 wird das Licht auf einen Monochromator 12 fokussiert und mittels eines Silizium-Dioden-Detektors 13 detektiert.

Der Probenträger 4 befindet sich dabei in einem MOVPE-Reaktor 14, wobei das Licht durch ein optisches Fenster 15 auf die Probe 5 gelangt.

Der am Anfang und gegebenenfalls auch am Ende an Hand der Detektorspannung DC gemessene Buffer (Material A) erlaubt eine Normierung der gemessenen Transiente, was zur Eliminierung der Apparatefunktion führt:

$$DC/DC_{\text{Material A}} = R/R_{\text{Material A}}$$

5

Die Apparatfunktion enthält alle Anteile des Meßsignals, die nicht von der Probe, sondern nur vom verwendeten optischen System abhängen; z.B. ist das die Intensitätsverteilung der Xenonlampe 1, die spektrale Empfindlichkeit des Detektors 13 etc.

10

Die Reflektivität der Probe 5 hängt von den optischen Eigenschaften (dielektrische Funktion ϵ_1 , ϵ_2 bzw. Brechungsindex n und Absorption k) ab, die temperaturabhängig sind. Beim Wachstum beobachtet man aufgrund des Brechungsindex-Unterschiedes und der sich einstellenden Vielstrahlinterferenz an der Probenoberfläche die bekannten Fabry-Perot-Oszillationen.

15

20
25
30
35
40
45
50
55
60
65
70
75
80
85
90
95
100
105
110
115
120
125
130
135
140
145
150
155
160
165
170
175
180
185
190
195
200
205
210
215
220
225
230
235
240
245
250
255
260
265
270
275
280
285
290
295
300
305
310
315
320
325
330
335
340
345
350
355
360
365
370
375
380
385
390
395
400
405
410
415
420
425
430
435
440
445
450
455
460
465
470
475
480
485
490
495
500
505
510
515
520
525
530
535
540
545
550
555
560
565
570
575
580
585
590
595
600
605
610
615
620
625
630
635
640
645
650
655
660
665
670
675
680
685
690
695
700
705
710
715
720
725
730
735
740
745
750
755
760
765
770
775
780
785
790
795
800
805
810
815
820
825
830
835
840
845
850
855
860
865
870
875
880
885
890
895
900
905
910
915
920
925
930
935
940
945
950
955
960
965
970
975
980
985
990
995
1000

20

25
30
35
40
45
50
55
60
65
70
75
80
85
90
95
100
105
110
115
120
125
130
135
140
145
150
155
160
165
170
175
180
185
190
195
200
205
210
215
220
225
230
235
240
245
250
255
260
265
270
275
280
285
290
295
300
305
310
315
320
325
330
335
340
345
350
355
360
365
370
375
380
385
390
395
400
405
410
415
420
425
430
435
440
445
450
455
460
465
470
475
480
485
490
495
500
505
510
515
520
525
530
535
540
545
550
555
560
565
570
575
580
585
590
595
600
605
610
615
620
625
630
635
640
645
650
655
660
665
670
675
680
685
690
695
700
705
710
715
720
725
730
735
740
745
750
755
760
765
770
775
780
785
790
795
800
805
810
815
820
825
830
835
840
845
850
855
860
865
870
875
880
885
890
895
900
905
910
915
920
925
930
935
940
945
950
955
960
965
970
975
980
985
990
995
1000

25

Es wurde nun gefunden, daß die Tiefe des ersten Minimums der Fabry-Perot-Oszillationen während des Wachstums von Material B direkt als Maß für die Temperatur genutzt werden kann, wenn die Reflektivität an einer geeigneten, konstant gehaltenen Photonenenergie gemessen wird. Die Tiefe dieses Minimums hängt nur von der Temperatur ab und nicht von anderen Parametern wie z.B. der Wachstumsrate. Das Minimum stellt sich bei dem Wachstumsprozeß je nach der angestrebten Wachstumsrate innerhalb weniger Sekunden oder Minuten ein.

30

Um auf diese einfache Weise die Temperaturabhängigkeit der dielektrischen Funktion zu messen, muß die Photonenenergie geeignet gewählt werden. Fig. 2 zeigt als Beispiel die Temperaturabhängigkeit des Realteils der dielektrischen Funktion für GaAs und AlAs. Für das Verfahren wird zweckmäßig eine energetische Position verwendet, bei der die Temperaturempfindlichkeit des einen Materials groß ist, während die des anderen Materials klein ist. Zusätzlich sollte bei dieser Energie im betrachteten Temperaturbereich kein kritischer

35

Punkt liegen, sondern ein monotoner Bereich. Dadurch, daß bei GaAs und AlAs die jeweiligen kritischen Punkte weit getrennt liegen, läßt sich ein Energiebereich finden, in dem diese Forderungen gut erfüllt sind: $E = 2.6 \dots 3.1$ eV (gestrichelter Bereich). In diesem Bereich gilt: $R = R(\epsilon_1)$ (da AlAs fast absorptionsfrei ist) und $\epsilon_1(\text{AlAs}) \approx \text{const.}$, somit ist die Temperaturabhängigkeit von GaAs über $\epsilon_1(\text{GaAs})$ direkt als $\epsilon_1(T)$ meßbar.

Fig. 3 zeigt die Abhängigkeit des ersten Minimums der Fabry-Perot-Oszillationen von der Temperatur anhand eines Schichtenstapels, wobei für das Verfahren folgendes Materialsystem gewählt wurde:

Material A (Substrat) = Galliumarsenid (GaAs)

Material B (erste Schicht) = Aluminiumarsenid (AlAs), 50 nm

Material A (zweite Schicht) = Galliumarsenid (GaAs), 200 nm

Die Lage des Minimums verschiebt sich, wobei sich auch dessen Tiefe verändert. Die Darstellung zeigt, daß der Wert des Reflexionsparameters R/R_{GaAs} an der Stelle des Minimums als ein Maß für die aktuelle Temperatur herangezogen werden kann.

Da der gemessene Relativwert des Reflexionsparameters $R_{\text{Schicht}}/R_{\text{GaAs}}$ an der Stelle des Minimums ein Maß für die Temperatur ist, kann für Relativvergleiche zwischen verschiedenen Wachstumsanlagen diese Größe sofort herangezogen werden, ohne daß Absolutwerte der Reflektivität bekannt sein müssen. Für die Messung einer absoluten Temperatur muß entweder eine genaue Datenbank der dielektrischen Funktionen der beiden verwendeten Materialien A und B zur Verfügung stehen (Erstellung solch einer Datenbank über in-situ Messungen mit

spektroskopischer Ellipsometrie oder mit Reflexionsmessungen wie hier vorgestellt) oder ein Kalibrierpunkt mittels Eutektikumseichung erzeugt werden. Die so erhaltene Kalibrierkurve ist dann universell an jeder Epitaxieanlage gültig.

In Fig. 4 ist eine solche, aus Datenbankspektren berechnete Kalibrierkurve aufgetragen.

In Fig. 5 ist eine sich aus den Messungen der Minima bei verschiedenen Temperaturen ergebende Kalibrierkurve ebenfalls für eine Photonenenergie von $E = 2,65$ eV dargestellt. Gezeigt ist der für die III-V-Epitaxie interessante Temperaturbereich.

Mit einer solchen Kalibrierkurve ist es dann möglich, andere vorhandene Temperaturmeßeinrichtungen, wie sie eingangs beschrieben wurden, zu kalibrieren.

Fig. 6 zeigt eine solche Kalibrierung verschiedener Anlagen. Eingetragen sind Meßwerte von drei verschiedenen MOVPE-Anlagen mit rotierender und nichtrotierender Probe. Die Proben temperatur wird mittels Thermoelementen gemessen. Die nominellen, von den Thermoelementen angezeigten Temperaturen der rotierenden Proben (gestrichelte Geraden) weichen deutlich voneinander und von der der nichtrotierenden Probe ab. Die Messung der nichtrotierenden Probe zeigt hinreichend genau die wahre Temperatur. Aus der Forderung, daß die Kurven alle deckungsgleich sein sollen, kann die Temperaturabweichung für jeden Reaktor bestimmt werden.

Fig. 7 zeigt die Verschiebung der ersten Minima der Fabry-Perot-Oszillationen bei einer konstanten Temperatur und verschiedenen Wachstumsraten. Erkennbar ist, daß die Minima gleich tief sind, sich jedoch mit sinkender Wachstumsrate

5. auf der Zeitachse verschieben. Bei ansonsten gleichbleibenden Bedingungen kann deshalb auch die Wachstumsrate der Schichten aus der gemessenen Transiente bestimmt werden.

10 Hierfür werden Transienten für mehrere Wachstumsraten ermittelt, von denen eine in Fig. 8 gezeigt ist. Zur präziseren Auswertung der gemessenen Reflexionstransienten kann der Kurvenverlauf mittels Datenbanken simuliert werden und die entsprechenden Parameter (Brechungsindex n , Absorption k , Wachstumsraten r_1 , r_2) angepaßt/gefittet werden. Dies erlaubt
15 entweder eine sehr genaue, vom Rauschen der einzelnen Meßpunkte im Minimum entkoppelte Bestimmung der Tiefe des Minimums oder alternativ bei bekannter Temperatur die Erstellung/Verbesserung einer Datenbank für diese Werte, die als solche später zum Vergleich mit gemessenen Kurven dienen kann.

Durch Erweiterung des Schichtenstapels um zwei weitere Schichten kann mit dem Verfahren im gleichen Run neben der Temperatur auch die Komposition eines ternären Materials nebst der zugehörigen Wachstumsrate gemessen werden. Der Schichtenstapel wird dann beispielsweise wie folgt gewählt:
Material A - ca. 50 nm Material B - ca. 200 nm Material A -
ca. 50 nm ternäres Material C - ca. 200 nm Material A.

- 30 Aus den ersten drei Schichten wird wie oben erläutert die Temperatur sowie die Wachstumsraten von Material A und B bestimmt. Mit der nun bekannten Temperatur ist es möglich, aus den letzten beiden Schichten die Zusammensetzungsabhängigkeit der dielektrischen Funktion von Material C von der Temperaturabhängigkeit zu trennen, wenn zuvor eine Kalibrierkurve für die Zusammensetzung des ternären Materials C ermittelt wurde. Damit kann die Tiefe des ersten Minimums der
35 Fabry-Perot-Oszillation n des ternären Materials C direkt

als Maß für die Zusammensetzung von Material C benutzt werden. Denn genau wie die Temperatur verändert die Zusammensetzung den Brechungsindex und damit die dielektrische Funktion. Durch die geschickte Wahl des Schichtenstapels und den zweistufigen Meßprozeß, können beide Effekte sauber getrennt werden.

Die Fig. 9 bis 11 zeigen die Anwendung dieser Methode für $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$. Gemäß Fig. 9 wird die Transiente für das ternäre Material C $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ gemessen. Aus den Minima der ersten Fabry-Perot-Oszillation läßt sich eine Kalibrierkurve in Abhängigkeit vom Al-Gehalt ermitteln, wie Fig. 10 zeigt. Fig. 11 zeigt eine Simulation einer kompletten Messung zur Bestimmung von Wachstumsrate (r), Temperatur (T) und Aluminium-Gehalt (x) in einem Run.

Der besondere Vorteil des Verfahrens ist die einfache Entkopplung von den Effekten, die durch Wachstumsratenänderung verursacht werden, von denen, die durch Temperaturveränderung verursacht werden. Nur durch die geschickte Wahl des Schichtenstapels und die Messung bei einer geeigneten Photonenenergie können Wachstumsrate und Temperatur aus einer Transiente eindeutig bestimmt werden. Damit ist auch der Vergleich von Temperaturen zwischen verschiedenen Wachstumsanlagen möglich.

Die Messung kann insbesondere dann als verläßlich gelten, wenn vor und nach dem Wachstum eines A-B-A-Schichtenstapels der Wert der Reflektivität gleich groß ist. Dies ist der Grund, warum in der Schichtstruktur vor und nach der Schicht B zweckmäßig eine Schicht A gewachsen wird.

Durch Degradation der Schichten könnte eine fehlerhafte Temperaturinformation gemessen werden. Jedoch bietet ein

gleichzeitig gemessenes RAS-Signal ein "Frühwarnsystem", da sich Degradationen im RAS-Signal deutlich früher zeigen, als in der Reflektivität der Probe.

Der Temperaturbereich, in dem das Verfahren angewandt werden kann, ist praktisch nicht beschränkt, sofern mit einer geeigneten Photonenenergie gearbeitet wird, und solange für das benutzte Material einkristallines Wachstum (Epitaxie) möglich ist.

Es ist sicherzustellen, daß die Messungen immer bei der exakt gleichen Photonenenergie erfolgen. Bei Verwendung einer Xenon-Hochdrucklampe als Lichtquelle für das Reflektometer kann die Lage der Emissionslinie bei $E=2.65\text{eV}$ ausgenutzt werden. Die spektrale Lage der Linie hängt von praktisch keinen äußeren Parametern ab und kann daher auch probenunabhängig genau angefahren werden.

Die Genauigkeit des Verfahrens hängt dann im wesentlichen nur vom Signal-Rausch-Verhältnis des für die Reflexionsmessung verwendeten Spektrometers ab. Für das gezeigte Beispiel erlaubte das Signal-Rausch-Verhältnis des optischen Systems eine Meßgenauigkeit von $\pm 5\text{K}$.

Das Verfahren kann vor jedem Epitaxieablauf zur präzisen Temperaturkalibrierung eines Thermoelements oder Pyrometers eingesetzt werden (Zeitaufwand kleiner 1h). Die erreichbare Genauigkeit der Temperaturmessung für vergleichende Messungen beträgt mindestens $\pm 5\text{K}$. Damit ist ein Kalibrieren der Reaktortemperatur für die tatsächlich vorhandene Suszeptor/Reaktorkonfiguration möglich.

5 Bei horizontalen Ein-Wafer-Reaktoren hängt die wahre Proben-
 temperatur auch vom Belegungszustand des Liner-Rohres ab
 (Temperaturdifferenz $\geq 10K$), während das Thermoelement kon-
 stante Temperatur anzeigt. Diese sonst nicht meßbare Tempe-
 10 raturdifferenz kann mittels des vorgestellten Verfahrens ge-
 messen werden.

11
 12
 13
 14
 15
 16
 17
 18
 19
 20
 21
 22
 23
 24
 25
 26
 27
 28
 29
 30
 31
 32
 33
 34
 35
 36
 37
 38
 39
 40
 41
 42
 43
 44
 45
 46
 47
 48
 49
 50
 51
 52
 53
 54
 55
 56
 57
 58
 59
 60
 61
 62
 63
 64
 65
 66
 67
 68
 69
 70
 71
 72
 73
 74
 75
 76
 77
 78
 79
 80
 81
 82
 83
 84
 85
 86
 87
 88
 89
 90
 91
 92
 93
 94
 95
 96
 97
 98
 99
 100

Bezugszeichenliste

	1	Xenonlampe
	2	Polarisationsprisma
	3	Strahlteiler
10	4	Probenhalter
	5	Probe
	6	Spiegel
	7	Sphärischer Spiegel
	8	Modulator
15	9	Polarisationsprisma
	10	Spiegel
	11	Spiegel
	12	Monochromator
	13	Silizium-dioden-Detektor
20	14	MOVPE-Reaktor
	15	Optisches Fenster
	T	Temperatur
	r	Wachstumsrate
	x	Aluminiumgehalt

5

Patentansprüche

- 10 1. Verfahren zur Messung von Kennwerten, insbesondere der Temperatur eines mehrschichtigen Materials während des Schichtenaufbaus, insbesondere eines Halbleiterschichtsystems während der Epitaxie, bei konstanten Prozeßbedingungen,
- 15 dadurch gekennzeichnet, daß
- das Material mit einer konstanten Beleuchtungsenergie beleuchtet, seine Reflektivität über der Zeit gemessen und daraus die Lage eines Extremwertes der Fabry-Perot-Oszillationen der jeweiligen Schicht bestimmt wird, aus der die Schicht-Wachstumsrate und anhand vorermittelter Vergleichswerte die Prozeßtemperatur und/oder die Schichtzusammensetzung ermittelt wird.
- 20 2. Verfahren nach Anspruch 1,
- dadurch gekennzeichnet, daß
- als Extremwert das erste Minimum der Fabry-Perot-Oszillationen verwertet wird.
- 25 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,
- gekennzeichnet dadurch, daß
- die aktuell gemessene Reflektivität zur Reflektivität eines Referenzmaterials, auf dem mindestens eine Schicht
- 30 aufgebaut wird, ins Verhältnis gesetzt wird.
- 35 4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

5 gekennzeichnet dadurch, daß
 am Ende eines Prozeßschrittes oder des gesamten Prozes-
 ses eine Schicht aus dem gleichen Material wie ein Sub-
 stratmaterial, auf dem mindestens eine Schicht aufgebaut
 wird, gewachsen und dessen Kennwerte mit den zu Beginn
 10 des Prozesses vorliegenden Kennwerten verglichen werden.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
 gekennzeichnet dadurch, daß
 15 die Materialeigenschaften während des Prozesses zeitpa-
 rallel, mindestens aber vor Prozeßbeginn und nach Prozeß-
 sende durch eine RAS-Messung überwacht werden.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
 gekennzeichnet dadurch, daß
 20 die Reflektivität bei dem betrachteten Extremwert der
 Fabry-Perot-Oszillationen zur Bestimmung der Prozeßtem-
 peratur herangezogen wird.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
 gekennzeichnet dadurch, daß
 25 die Prozeßzeit bis zum betrachteten Extremwert der
 Fabry-Perot-Oszillationen zur Bestimmung der Schicht-
 30 Wachstumsrate herangezogen wird.
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
 gekennzeichnet dadurch, daß
 35 bei zuvor ermittelter Prozeßtemperatur die Reflektivität
 beim betrachteten Extremwert der Fabry-Perot-

Oszillationen einer ternären Schicht zur Bestimmung von deren Zusammensetzung herangezogen wird.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet dadurch, daß die Beleuchtungsenergie in einem Bereich gewählt wird, in dem die Temperaturabhängigkeit des Realteils der dielektrischen Funktion der beteiligten Materialien monoton ist.

Zusammenfassung

Verfahren zur Messung von Kennwerten, insbesondere der Temperatur eines mehrschichtigen Materials während des Schichtenaufbaus

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Messung von Kennwerten, insbesondere der Temperatur eines mehrschichtigen Materials während des Schichtenaufbaus, insbesondere eines Halbleiterschichtsystems während der Epitaxie, bei konstanten Prozeßbedingungen.

Bisher bekannte Verfahren unter Verwendung von Thermoelementen oder Pyrometern sind ungenau. Andere verlangen die genaue Kenntnis der optischen Eigenschaften des verwendeten Materials.

Nach dem Verfahren wird das Material mit einer konstanten Beleuchtungsenergie beleuchtet, seine Reflektivität über der Zeit gemessen und daraus die Lage eines Extremwertes der Fabry-Perot-Oszillationen der jeweiligen Schicht bestimmt, aus der die Schicht-Wachstumsrate und anhand vorermittelter Vergleichswerte die Prozeßtemperatur und/oder die Schichtzusammensetzung ermittelt wird.

Das Verfahren kann in-situ bei der metallorganischen Gasphasenepitaxie (MOVPE), Molekularstrahlepitaxie (MBE) oder ähnlicher Verfahren angewandt werden und ermöglicht die Bestimmung der Probertemperatur unter Standardwachstumsbedingungen.

5

Fig. 3

Year	1990	1991	1992	1993	1994	1995	1996	1997	1998	1999	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	2019	2020	2021	2022	2023	2024	2025	2026	2027	2028	2029	2030	2031	2032	2033	2034	2035	2036	2037	2038	2039	2040	2041	2042	2043	2044	2045	2046	2047	2048	2049	2050	2051	2052	2053	2054	2055	2056	2057	2058	2059	2060	2061	2062	2063	2064	2065	2066	2067	2068	2069	2070	2071	2072	2073	2074	2075	2076	2077	2078	2079	2080	2081	2082	2083	2084	2085	2086	2087	2088	2089	2090	2091	2092	2093	2094	2095	2096	2097	2098	2099	2100
1990	1991	1992	1993	1994	1995	1996	1997	1998	1999	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	2019	2020	2021	2022	2023	2024	2025	2026	2027	2028	2029	2030	2031	2032	2033	2034	2035	2036	2037	2038	2039	2040	2041	2042	2043	2044	2045	2046	2047	2048	2049	2050	2051	2052	2053	2054	2055	2056	2057	2058	2059	2060	2061	2062	2063	2064	2065	2066	2067	2068	2069	2070	2071	2072	2073	2074	2075	2076	2077	2078	2079	2080	2081	2082	2083	2084	2085	2086	2087	2088	2089	2090	2091	2092	2093	2094	2095	2096	2097	2098	2099	2100	